

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 04254803  
PUBLICATION DATE : 10-09-92

APPLICATION DATE : 30-01-91  
APPLICATION NUMBER : 03027804

APPLICANT : NIPPON KAYAKU CO LTD;

INVENTOR : ISHII SHIGERU;

INT.CL. : G02B 5/30

TITLE : ADHESION TYPE POLARIZING PLATE OR ADHESION TYPE PHASE DIFFERENCE PLATE

ABSTRACT : PURPOSE: To prevent hydrolysis of an acetylcellulose film even in the case of long time exposure under a condition of high temperature and high humidity to remarkably enhance durability of a polarizing plate and a phase difference plate.

CONSTITUTION: In the case of providing an acryl adhesive agent layer on each of both sides or one side of a polarizing plate or a phase difference plate having an acetylcellulose film as a carrier, 2,4,6-tris (N,N-dimethylaminomethyl) phenol is contained in the adhesive layer.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-254803

(43) 公開日 平成4年(1992)9月10日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 2 B 5/30

識別記号

庁内整理番号

P 1

技術表示箇所

7724-2K

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 項)

(21) 出願番号 特願平3-27804

(22) 出願日 平成3年(1991)1月30日

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 松尾 正

埼玉県熊谷市宮田475-2

(72) 発明者 古網 繁樹

埼玉県岩槻市宮町2-17-11

(72) 発明者 大鶴 昭二

埼玉県与野市上落合1080

(72) 発明者 石井 繁

東京都保谷市下保谷2-7-21

(54) 【発明の名称】 粘着型偏光板又は粘着型位相差板

(57) 【要約】

【構成】 支持体として、アセチルセルロース系フィルムを有する偏光板または位相差板の両面又は片面にアクリル系粘着剤層を設けるにあたり、該粘着剤に2, 4, 6-トリス (N, N-ジメチルアミノメチル) フェノールを含有せしめる。

【効果】 高温、高湿の条件下に長時間暴露してもアセチルセルロース系フィルムが加水分解することを防止することが出来、偏光板、位相差板の耐久性を大幅に向上させることが出来る。

(2)

特開平4-254803

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 偏光フィルムまたは位相差フィルムの片面または両面にアセチルセルロース系フィルム層を設け、さらにその片面または両面にアクリル系粘着剤層を設けた積層板において、該粘着剤層に2, 4, 6-トリス(N, N-ジメチルアミノメチル)フェノールを含有せしめることを特徴とする粘着型偏光板又は粘着型位相差板。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、偏光板および位相差板に関する。更に詳しくは高温、高温条件下での耐久性に優れた粘着型偏光板および粘着型位相差板に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 偏光板は液晶表示体の普及により工業的に大量に生産され、使用される様になって来た。ウォッチ、電卓等の小物の表示体から出発した液晶表示体もパソコン、ワードプロセッサ等のOA機器、液晶テレビ、液晶プロジェクター、車載用インストルメントパネル、車載用ナビゲーションシステム等、高級機器や高耐久機器に適用されるようになるにしたがい、益々その高い信頼性が要求される様になって来た。

【0003】 液晶表示体の信頼性の中で、従来より最も改善が望まれている部品の1つが偏光板である。そしてその偏光子自身の耐久性向上の他に実用上最も重要な、ポイントは粘着剤の耐久性向上である。

【0004】 液晶用偏光板は、組み立て上の簡便さ及び表面での反射ロスを軽減させる為に製品形態の大部分は粘着剤を有する粘着型偏光板であり、粘着剤の耐久性の向上は、避けて通ることの出来ない実用上最も重要な技術課題となっている。

【0005】 一般に粘着型、偏光板は、沃素または二色性染料を偏光子として配向させた延伸ポリビニルアルコール（以下PVAと略す）フィルムの両面をトリアセチルセルロース（以下TACと略す）フィルムで積層接着し、さらにTAC表面にアクリル系粘着剤層を設けることにより製造される。

【0006】 実際の使用に関してはこの粘着型偏光板を液晶セルのガラス基板面に粘着剤を介して、貼り合される。この様にして作られた一般の偏光板付き液晶セルを高温、高温の条件下に長時間暴露すると、偏光板の白濁、変色、物理的破壊へと劣化が進み、最終的には全く偏光板としての機能を消失するに至ることがある。

【0007】 一方、STN方式の液晶表示体による白黒表示法の一つとして、液晶セルと偏光板の間に位相差板を設ける方法が普及して来た。位相差板の一種PVA系位相差板は、延伸されたPVAフィルムの片面または両面にTACフィルムで支持し、その表面にアクリル系粘着剤層を設けることにより製造される。

2

【0008】 粘着剤を介して、一面または複数層の位相差板をSTNセルに貼り合せ、最外層に偏光板を貼り合せることにより、液晶表示体を構成するものであるが、この場合も偏光板単層を張り合せた場合と同様、高温、高温条件下に長時間暴露させると白濁、物理的破壊へと至りそう長くない時間で全く機能を消失してしまうことがある。

【0009】 これらの原因を鋭意究明したところ、アクリル系粘着剤の共重合成分の一つであるアクリル酸の酸性により高温、高温条件下で接触しているTACのアセチル基を加水分解させ、酢酸を発生させ、その酢酸がさらに別のアセチル基を次々と加水分解させ、急速に破壊、劣化させるものであることを突きとめた。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 高温、高温の条件下で長時間暴露しても劣化のない高耐久の粘着型偏光板または粘着型位相差板の製造方法の開発が望まれている。

【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明者は前記した様な課題を解決すべく鋭意検討の結果粘着剤を形成するにあたり、アクリル系粘着剤中のアクリル酸等の酸性成分を中和する為にある特定のアミノ化合物を添加することにより前記課題が解決されることを見出し、本発明に至ったものである。

【0012】 即ち本発明は、偏光フィルムまたは位相差フィルムの片面または両面にアセチルセルロース系フィルムを設け、さらにこの片面または両面にアクリル系粘着剤層を設けた積層板において、該粘着剤層に2, 4, 6-トリス(N, N-ジメチルアミノメチル)フェノールを含有させることを特徴とする粘着型偏光板または粘着型位相差板に関するものである。

【0013】 本発明に使用する偏光フィルムは、特に限定されるものではないが、例えば、ポリビニルアルコール系フィルムを沃素または二色性染料で染色し、ホウ酸水溶液中でエステル化しながら一軸方向に約3～5倍に一軸延伸し、加熱乾燥して得ることが出来、また位相差フィルムは例えばポリビニルアルコール系フィルムをホウ酸、水溶液中で特定の位相差値を得る様に2倍以下の延伸倍率で一軸方向に延伸し、製造することが出来る。

【0014】 アセチルセルロース系フィルムとしてはTACフィルムの他、ジアセチルセルロースフィルム、アセチルブチルセルロースフィルム等、透明性が高く、光学的に等方性があればいずれも使用可能である。

【0015】 通常偏光フィルムまたは位相差フィルムをこれらの両面または片面にポリビニルアルコール系粘着剤またはUV硬化型粘着剤を用いて、アセチルセルロース系フィルムを積層接着し、偏光板または位相差板を製造する。

【0016】 アクリル系粘着剤は、主成分の（メタ）アクリル酸エステルと、これと共重合可能なカルボキシル

(3)

特開平4-254803

含有の化合物とを共重合することによって得られるものが使用されるが、必要に応じて、塗工直前にポリイソシアネート系硬化剤またはエポキシ系硬化剤を添加し、系構造を形成させることも出来る。

【0017】共重合粘着剤の一方の成分である(メタ)アクリル酸エステルとしては、例えば(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸イソオクチル、(メタ)アクリル酸イソノニル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ベンジル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル等を挙げることが出来る。共重合成分として全体の60~99重量%を占めるように調整される。

【0018】またもう一つの成分であるカルボキシル基含有の化合物としては、アクリル酸、メタアクリル酸、イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸等を挙げることが出来る。これら共重合成分としての割合は、1~20%である。また必要に応じて、共重合可能なビニル化合物を例えば0~20重量%加えることも可能である。

【0019】前述の方法で製造した偏光板または位相差板に粘着剤層を形成し、粘着型偏光板または粘着型位相差板を形成する。これら粘着型偏光板または粘着型位相差板と粘着型偏光板の積層体をガラスセルに貼り合せ、80℃×95%RHまたは80℃×90%RHの条件下に長時間暴露したところ白濁、偏光子の発色、TACの加水分解による形状破壊を起し全くその機能を喪失するに至った。

【0020】一方、粘着剤の中に2, 4, 6-トリス(N, N-ジメチルアミノメチル)フェノールを添加したものをを用いて、同じように粘着型偏光板及び粘着型位相差板を形成し、同様な方法で、その耐久性を確認したところ、80℃×95%RHの条件下で1000時間以上の耐久性を有し、80℃×90%RHの条件下では1500時間経過しても尚、その機能を有することが確認された。

【0021】本発明において2, 4, 6-トリス(N, N-ジメチルアミノメチル)フェノールの粘着剤への添加量は粘着剤固型分100部に対して通常0.3~20部である。

【0022】本発明の粘着型偏光板又は粘着型位相差板は次の諸点においてすぐれている。

【0023】① 高温、高湿の条件下で粘着層のガラス板からの剝離、発泡、表面の凹凸がなく、添加したアミノ化合物による黄、褐変を起さない。② 高温(乾燥)条件下で発泡せず、粘着層のひび割れを起さない。③ ガラス板に貼り付けた後、偏光板を剝す際に剥離りがない。

【0024】本発明において粘着層は、偏光板又は位相差板の片面に設けるも良いし、反射被付き偏光板、アンチグレアPETフィルム付き偏光板または偏光板一位

相差板積層体等の製造においては、該粘着層を両面に設けて使用することも可能である。

【0025】

【実施例】次に本発明を実施例により説明する。実施例において部は重量部を表す。

実施例1

75μのPVAフィルムを温水中で膨潤させた後、オレンジ、レッド、ブルー、グリーンの二色性染料及び芒硝より成る染液中で染色し、水酸化中で4倍に延伸し、水洗乾燥して、30μの偏光膜を作り、さらにこの両面に80μTACフィルムをPVA系の接着剤を用いて積層接着して、染料系偏光板を製造した。

【0026】一方、ブチルアクリレート68%、メチルアクリレート10%、メチルメタアクリレート10%及びアクリル酸11%(いずれも重量比)より成る共重合組成物25部を酢酸エチル75部に溶解したアクリル系粘着剤を調製し、塗工直前に2, 4, 6-トリス(N, N-ジメチルアミノメチル)フェノール0.8部とエポキシ硬化剤0.06部と粘度調整用メチルエチルケトン40部を加え攪拌後、シリコン離型処理された38μPETフィルムに固型分層で23μ塗工した。溶剤を除去した後、前述の染料系偏光板を貼り合せ、室温で一週間以上エイジングすることにより粘着型偏光板を得た。

【0027】該粘着型偏光板をガラス板に貼り付け、試験用テストピースを作成した。本偏光板の初期特性は、単体透過率40.01%平行位透過率31.34%、直交位透過率0.08%、視感補正平均偏光率ρ99.76%、色相は単体、平行位、直交位ともニュートラルグレーを呈し、優秀な性能を有していた。(ここで透過率Yは三刺激値のY値を表し、視感補正平均偏光率ρは次の式で表される。

【0028】

$$\rho = \sqrt{(Y_p - Y_L) / (Y_p + Y_L)}$$

$Y_p$  = 平行位透過率

$Y_L$  = 直交位透過率

【0029】試験用テストピースを80℃×90%RH雰囲気中に1000時間暴露した後の光学特性は単体透過率36.71%、平行位透過率28.19%、直交位透過率0.05%、ρ99.82%であり透過率は少し低下するものの偏光率は全く低下せず、色相もわずかにブルーイッシュ変色するのみであり、外観上の劣化はほとんど認められなかった。尚、耐久性テストとして、85℃乾燥(耐熱)63℃カーボンアーク(耐擦)条件で1000時間暴露しても光学特性の低下も、外観上の劣化もほとんど認められなかった。

【0030】実施例2

実施例1において、製造された粘着加工前の染料系偏光板の一方の面に主剤のアクリルポリオールと硬化剤のコロネートEH(イソシアネート系硬化剤、日本ポリウレ

(4)

特開平4-254803

5

タン製)より成る透明塗料を塗工し、固型分として30 $\mu$ 厚のトップコート層を形成し、トップコート付偏光板をえた。トップコート層の形成されていない他方の偏光板表面に実施例1と同一組成の粘着剤を実施例1と同様の方法で塗工し、高耐久の粘着型偏光板を作成した。実\*

単体透過率 40.5%

$\rho$  99.72%

色相 ニュートラルグレー

実施例1よりさらに高温、高温に対して持久力のある超高耐久の偏光板をえることが出来た。

#### 【0032】比較例1

アクリル系粘着剤中に2, 4, 6-トリス(N, N'-ジメチルアミノメチル)フェノールを添加しない以外は実施例1と同様な方法で粘着型偏光板を作製し、テストピースを作製し、耐湿熱テストを実施した。80℃×90%RH条件下では800時間から80℃×95%RH条件下では600時間から白濁が始まり急速に赤褐色に変色し偏光度を消失し、最終的にはTAC表面に亀裂が入り物理的に破壊するに至った。

#### 【0033】比較例2

市販の2, 4, 6-トリス(N, N'-ジメチルアミノメチル)フェノールを含有しないアクリル系粘着剤を有する染料系偏光板を比較例1と同一条件で耐湿熱テストしたところ、初期のニュートラルグレー色が80℃×90%RH条件下では約500時間より、80℃×95%RH条件下では400時間より赤褐色に変色が始まり最終的には全く偏光板機能を消失し単なる汚れた赤褐色のフィルターとなってしまった。

#### 【0034】実施例3

6

\*実施例1と同様にテストピースを作成し、80℃×95%RHの高温・高湿条件下で1000時間暴露した後、の光学特性変化と外観変化は以下の通りであった。

【0031】

40.35%

99.74%

ニュートラルグレー

10

重量比でブチルアクリレート80%、メチルメタアクリレート16%、アクリル酸4%の共重合体を固型分濃度で40%を含む酢酸エチル/トルエン(6;3)溶液より成るアクリル粘着剤を調製した。該粘着剤200部に對してトリイソシアネート硬化剤0.5部と2, 4, 6-トリス(N, N'-ジメチルアミノメチル)フェノール2.5部を加え粘着剤塗工液を準備してTACフィルム-延伸PVAフィルム-TACフィルムの積層体より成る位相差板に粘着加工し、粘着型位相差板をえた。

20

【0035】該粘着型位相差板の上に実施例1で作製した粘着型偏光板を積層接着して偏光板一位相差板の一体化品を作製した。粘着型位相差板及び該一体化品をそれぞれガラス板にそれらの粘着層を介して貼り付け、テストピースを作製し、80℃×90%RH条件下に暴露した。1000時間経過しても尚加水分解によるTACの劣化等は起らなかった。

【0036】

【発明の効果】高温、高湿の苛酷な条件下に長時間暴露しても、アセチルセルロース系フィルムの加水分解を防止することが出来、偏光板、位相差板の耐久性を大幅に向上することが出来た。